

**PRODUCTION OF POLARIZING FILM EXCELLENT IN DURABILITY**

**Patent number:** JP8327823  
**Publication date:** 1996-12-13  
**Inventor:** TSUMURA YUSUKE; TOMORI MASAHICO; KAWAGUCHI SEIYA  
**Applicant:** NIPPON SYNTHETIC CHEM IND CO LTD:THE  
**Classification:**  
- **International:** G02B5/30; B29C55/04; C08J5/18  
- **European:**  
**Application number:** JP19960048143 19960209  
**Priority number(s):**

**Abstract of JP8327823**

**PURPOSE:** To obtain a polarizing film excellent in durability by using a polyvinyl alcohol resin of a high poly degree and controlling the reduction rate of the film width to a specific range when the resin film is stretched  
**CONSTITUTION:** At the time of forming a polyvinyl alcohol resin film having  $\geq 2600$  average polymn. degree uniaxially stretching it to obtain a polarizing film, the film is uniaxially stretched at least during the film is treated with a boron compound and is uniaxially stretched in such a manner that the film width after stretching is  $\leq 60\%$  of the width before stretching. In a conventional method of uniaxial stretching of a polyvinyl alcohol film, shrinkage in the width direction of a film is prevented as much as possible from the viewpoint of productivity. However, by the invention, shrinkage in the width direction is controlled to a specific range contrary to a conventional method. To stretch a film with the specific range, roll stretching or other method is used, and if roll stretching is used, on multistep rolling can be used.

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平8-327823

(43) 公開日 平成8年(1996)12月13日

(51) Int.Cl. <sup>6</sup>	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
G 0 2 B 5/30			G 0 2 B 5/30	
B 2 9 C 55/04		7639-4F	B 2 9 C 55/04	
C 0 8 J 5/18	CEX		C 0 8 J 5/18	CEX
// B 2 9 K 29:00				
B 2 9 L 7:00				

審査請求 有 請求項の数 1 F D (全 4 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願平8-48143  
(62) 分割の表示 特願平1-76295の分割  
(22) 出願日 平成1年(1989)3月27日

(71) 出願人 000004101  
日本合成化学工業株式会社  
大阪府大阪市北区野崎町9番6号  
(72) 発明者 津村 雄右  
大阪府大阪市西区南堀江4-7-1201  
(72) 発明者 登森 賢彦  
大阪府大阪市城東区放出西3-15-23 カ  
ルムイン 城東421号  
(72) 発明者 川口 誠也  
大阪府枚方市香里ヶ丘8-31-1

(54) 【発明の名称】 耐久性の優れた偏光フィルムの製造法

(57) 【要約】

【課題】 耐久性に優れ且つ高偏光度を有する偏光フィルムの製造法を提供すること。

【解決手段】 平均重合度2600以上のポリビニルアルコール系樹脂フィルムを製膜した後、一軸延伸して偏光フィルムを製造するに当たり、少なくともホウ素化合物での処理中に一軸延伸し、延伸後のフィルム巾が延伸前のフィルム巾の60%以下になるように、一軸延伸する偏光フィルムの製造法。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 平均重合度2600以上のポリビニルアルコール系樹脂フィルムを製膜した後、一軸延伸して偏光フィルムを製造するに当たり、少なくともホウ素化合物での処理中に一軸延伸し、延伸後のフィルム巾が延伸前のフィルム巾の60%以下になるように、一軸延伸することを特徴とする耐久性の優れた偏光フィルムの製造法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は耐久性に優れ且つ高偏光度を有する偏光フィルムの製造法に関する。

## 【0002】

【従来の技術】近年、卓上電子計算機、電子時計、ワープロ、自動車や機械類の計器類等に液晶表示装置が用いられ、これに伴い偏光板の需要も増大している。特に、計器類や台所まわりの家庭電化製品においては苛酷な条件下で使用される場合が多いので高耐久性及び高偏光度のフィルムが要請されるのである。現在、知られている代表的な偏光フィルムの一つにポリビニルアルコール系

## 【0003】

【発明が解決しようとする課題】しかし、上記のポリビニルアルコール系偏光フィルムの場合、ヨード染色品は偏光性能は良好であるが耐湿性や耐熱性が劣り、高湿度雰囲気下や高熱雰囲気下にさらされると偏光度の低下いわゆる耐久性が劣る難点があり、一方染料染色品は逆に偏光性能は劣るが耐久性は優れているという利点を持っている。このようにポリビニルアルコール系偏光フィルムは一長一短があるので、その最終用途の必要性能に応じて適宜使い分けることが余儀なくされるのが実情である。従って、偏光性能と耐久性のいずれもが優れたポリビニルアルコール系偏光フィルムが開発出来れば、その用途の拡大を含めて産業上極めて有用であると言える。

## 【0004】

【課題を解決するための手段】本発明者等はかかる問題を解決すべく鋭意研究を重ねた結果、平均重合度2600以上のポリビニルアルコール系樹脂フィルムを製膜した後、一軸延伸して偏光フィルムを製造するに当たり、少なくともホウ素化合物での処理中に一軸延伸し、延伸後のフィルム巾が延伸前のフィルム巾の60%以下になるように、一軸延伸する場合、目的が達成できることを見だし本発明を完成するに至った。尚、偏光フィルム製造中に2回以上の一軸延伸が行われる場合は、最後の延伸工程の延伸後のフィルム巾が最初の延伸工程の延伸前（原反）のフィルム巾の60%以下となるようにする

のである。本発明のかかる効果は上記したようにポリビニルアルコールとして高重合度品を用いること、特定の延伸条件を採用することによって得られるものである。

## 【0005】

【発明の実施の形態】以下本発明を具体的に説明する。本発明の偏光フィルムは、ポリビニルアルコール系樹脂フィルムの一軸延伸フィルムである。ポリビニルアルコールは通常、酢酸ビニルを重合したポリ酢酸ビニルをケン化して製造されるが、本発明では必ずしもこれに限定されるものではなく、少量の不飽和カルボン酸（塩、エステル、アミド、ニトリル等を含む）、オレフィン類、ビニルエーテル類、不飽和スルホン酸塩等、酢酸ビニルと共重合可能な成分を含有していても良い。ポリビニルアルコールにおける平均ケン化度は85~100モル%、好ましくは98~100モル%が実用的である。

【0006】本発明の効果をj得るためには平均重合度が2600以上、好ましくは3500~5000が有利である。2600未満では顕著な効果は得難い。該ポリビニルアルコールは公知の方法に従って製膜される。かかる方法としてはポリビニルアルコールを水、有機溶剤、水/有機溶剤混合溶剤等に溶解し流延する方法が一般的である。溶液の濃度は5~20重量%程度が実用的である。その他ポリビニルアルコールの溶液を凝固浴中に導入してフィルム化する、いわゆるゲル製膜法等も実施可能である。原反フィルムとしてその膜厚は40~120μmが適当である。

【0007】上記の原反フィルムを染色、延伸及びホウ素化合物処理して偏光フィルムを製造する。即ちポリビニルアルコール原反フィルムをヨウ素染色した後、延伸と同時にホウ素化合物処理するのである。本発明では、少なくともホウ素化合物処理中に延伸すればよく、必要に応じて更にヨウ素染色する前に延伸したり、染色と同時に延伸したり、ヨウ素染色した後に延伸したりして、2回以上延伸（多段延伸）することもできる。

【0008】一段延伸あるいは多段延伸等、いずれの手段を実施するにしても、本発明では延伸過程において、延伸後のフィルム巾が延伸前のフィルム巾の60%以下、好ましくは40~55%になるように一軸延伸しなければならない。尚、多段延伸の場合は、前述したように最後の延伸工程の延伸後のフィルム巾を最初の延伸工程の延伸前のフィルム巾の60%以下になるようにするのである。このようにフィルムの中方向の長さの減少率を、かかる特定の範囲に規定することによって偏光性能と耐久性の向上が同時に達成できるのである。従来ポリビニルアルコールフィルムの一軸延伸では、むしろ生産性の観点からフィルムの中方向の収縮を出来る限り防止しようとするのが普通であるが、本発明ではかかる従来の技術とは逆に中方向の収縮を特定の範囲にコントロールする点に、大きな特徴が存在するのである。かかる範囲に延伸するにはロール延伸等が任意に実施される。ロ

3

ール延伸は一段式、多段式のいずれも実施可能である。収縮を60%以下にするためには延伸ロール間の距離をかなり長く設定する等の工夫がされる。延伸は一軸方向に4倍以上、好ましくは6倍以上延伸することが望ましい。延伸時の温度条件は50~130℃から選ぶのが普通である。

【0009】フィルムへのヨード染色つまり偏光素子の吸着はフィルムに偏光素子を含有する液体を接触させることによって行なわれる。通常はヨウ素-ヨウ化カリの水溶液が用いられ、ヨウ素の濃度は0.1~2g/l、ヨウ化カリの濃度は10~50g/l、ヨウ素/ヨウ化カリの重量比は20~100が適当である。染色時間は30~500秒程度が実用的である。水溶媒以外に水と相溶性のある有機溶媒を少量含有させても差し支えない。接触手段としては浸漬が好ましいが、塗布、噴霧等の任意の手段も適用出来る。

【0010】染色の終了したフィルムは次いで上記の如き延伸をしつつホウ素化合物によって処理される。ホウ素化合物としてはホウ酸、ホウ砂が実用的である。ホウ素化合物は水溶液又は水-有機溶媒混合液の形で濃度0.5~2mol/l程度で用いられ、液中には少量のヨウ化カリを共存させるのが実用上望ましい。処理法は浸漬法が望ましいが勿論塗布法、噴霧法も実施可能である。処理時の温度は50~70℃程度、処理時間は5~20分程度が好ましく、又、必要に応じて処理後に延伸操作を行っても良い。

【0011】このようにして得られた偏光フィルムは、その両面あるいは片面に光学的透明度と機械的強度に優れた保護膜を貼合、乾燥して偏光板として使用される。保護膜としては従来から知られているセルロースアセテート系フィルム、アクリル系フィルム、ポリエステル系樹脂フィルム、ポリオレフィン系樹脂フィルム、ポリカーボネート系フィルム、ポリエーテルエーテルケトン系フィルム、ポリスルホン系フィルムが挙げられる。

【0012】かくして本発明の偏光フィルムは高温、高温状態での耐久性が改善され長期間放置してもその偏光度が低下しない。かかる特性を利用して液晶表示体の用途に用いられ、特に車両用途、各種工業計器類、家庭用電化製品の表示等に有用である。

【0013】

【実施例】次に実例をあげて本発明の偏光フィルムを更に詳しく説明する。尚、本発明で言う偏光度は $\left[ \frac{(H_{11} - H_1)}{(H_{11} + H_1)} \right]^{1/2}$ で示され、 $H_{11}$ は2枚の偏光フィルムサンプルの重ね合わせ時において、偏光フィルムの配向方向が同一方向になる様に重ね合わせた状態で分光光度計を用いて測定した値、 $H_1$ は2枚のサンプルの重ね合わせ時において、偏光フィルムの配向方向が互いに直交する方向になる様に重ね合わせた状態で測定した値である。

【0014】実施例1

4

平均重合度3800、平均ケン化度99.5mol%のポリビニルアルコールを水に溶解し、5.0重量%濃度の水溶液を得た。該液をポリエチレンテレフタレートフィルム上に流延後、乾燥して膜厚60μmのフィルムを得た。このフィルムを10cm巾に切断しチャックに装着した。該フィルムをヨウ素0.2g/l、ヨウ化カリ50g/lよりなる水溶液中に30℃にて120秒浸漬し、ついでホウ酸60g/l、ヨウ化カリ30g/lの組成の水溶液に浸漬すると共に、同時に6倍に一軸延伸しつつ5分間にわたってホウ酸処理を行った。最後に室温で24時間乾燥した。得られたフィルムの膜厚は25μm、巾は5cmでフィルム巾の減少率(以下単に減少率と略記する)は50%であった。該フィルムの両面にポリビニルアルコール水溶液を接着剤として用いて膜厚80μmのトリアセチルセルロースを貼着し、50℃で乾燥して偏光板を得た。この偏光板の単体透過率は43.05%、偏光度は99.89%であった。更にこのフィルムを60℃、相対湿度90%の雰囲気中に20日間放置した後同様の測定を行ったところ、単体透過率は43.08%、偏光度は99.43%であった。又、80℃でドライ雰囲気下で20日放置して、耐熱テストを行ったところ、単体透過率は43.05%、偏光度は99.87%であった。

【0015】対照例1

平均重合度1700、平均ケン化度99.8mol%のポリビニルアルコールを用いて実施例1と同一の実験を行った。製造直後の偏光板の単体透過率は43.19%、偏光度は99.14%であり、60℃、相対湿度90%、放置日数20日間後の単体透過率は44.83%、偏光度は95.89%であった。耐熱テスト後の単体透過率は44.82%、偏光度は95.87%であった。

【0016】対照例2

フィルム巾の減少率を70%に変更した以外は実施例1と同じ実験をした。製造直後の単体透過率は43.26%、偏光度は99.36%、60℃、相対湿度90%、放置日数20日間後の単体透過率は44.88%、偏光度は97.66%であった。耐熱テスト後の単体透過率は44.87%、偏光度は97.64%であった。

【0017】実施例2

平均重合度4500、平均ケン度99.3mol%のポリビニルアルコールを用いた以外は実施例1と同一の実験を行った。製造直後の偏光板の単体透過率は44.05%、偏光度99.78%であり、60℃、相対湿度90%、放置日数20日間後の単体透過率は44.88%、偏光度は97.45%であった。耐熱テスト後の単体透過率は44.05%、偏光度は99.76%であった。

【0018】実施例3

平均重合度3000、平均ケン度99.5mol%のポリビニルアルコールを用いた以外は実施例1と同一の実験を行った。製造直後の偏光板の単体透過率は42.78

(4)

特開平8-327823

5

6

%、偏光度99.88%であり、60℃、相対湿度90%、放置日数20日間後の単体透過率は43.08%、偏光度は99.78%であった。耐熱テスト後の単体透過率は42.68%、偏光度は99.82%であった。

【0019】実施例4~5

\*

## 実施例4

## 実施例5

	単体透過率	偏光度	単体透過率	偏光度
製造直後	43.14%	99.89%	43.24%	99.23%
耐久テスト後	43.74%	99.45%	44.53%	98.74%
耐熱テスト後	43.14%	99.87%	43.24%	99.22%

【0020】

【発明の効果】本発明では高重合度のポリビニルアルコール系樹脂を使用し、かつ該樹脂フィルムを延伸する際

\*実施例1においてフィルムの巾の減少率を46%(6.5倍延伸) [実施例4] 及び53%(5.4倍延伸) [実施例5] に変更した以外は同じ実験を行った。結果は次の通りであった。

にフィルムの巾の減少率を特定の範囲に規定することによって、耐久性の優れた偏光フィルムが得られる。

フロントページの続き

(51) Int. Cl. 6

識別記号

庁内整理番号

FI

技術表示箇所

B29L 11:00

C08L 29:04